



L'organisme
scientifique français
spécialisé en
agronomie tropicale

**Etude de la farine de coton par DSC :
I - Influence de la teneur en eau et de la
granulométrie des farines.**

F. Bonfils
V. Vialettes
C. Marquié

Avril 1999

TABLE DES MATIÈRES.

I - Introduction.	3
II - Résultats obtenus.	4
II. 1 - Introduction.	4
II. 2 - Influence de la teneur en eau.	4
II. 2 - Influence de la granulométrie.	9
III - Conclusion.	12
IV - Références.	13
Annexe 1 : Préparation des farines	13
Annexe 2 : Procédure utilisée en DSC (PROCDSC1)	14
Annexe 3 : Ensemble des résultats obtenus	15

I - INTRODUCTION.

L'Analyse Enthalpique Différentielle (AED), ou Differential Scanning Calorimetry (DSC), est la technique la plus courante pour l'analyse des transitions énergétiques dans un polymère. Elle permet de mesurer la chaleur dégagée, ou absorbée, lorsqu'un matériau subit un changement d'état physique ou chimique. On mesure alors le gradient de puissance électrique nécessaire pour maintenir l'échantillon et le témoin (référence) à la même température. Le système est dit à compensation de puissance.

Le phénomène de transition vitreuse est le principal changement d'état intervenant dans les polymères amorphes. Il correspond au passage d'un état liquide surfondu à un état vitreux lors du refroidissement dans la région de la température de transition vitreuse (T_g). Bien que ce phénomène ne corresponde pas à une transition de phase au sens thermodynamique du terme [1], il se manifeste par une variation importante des propriétés dimensionnelles, mécaniques, thermiques . . .

La DSC est également utilisée pour évaluer la cinétique de réticulation de différents systèmes comme la vulcanisation des élastomères [2, 3] ou la réticulation des résines phénol - formaldéhyde [4-5].

Cette technique est également utilisée pour l'étude des cinétiques de thermo-oxydation des polymères, l'efficacité des antioxydant, etc.

En ce qui concerne le domaine des protéines, la DSC est largement utilisée pour prédire la température de dénaturation [6-8], d'autres l'ont utilisée pour étudier l'effet plastifiant de l'eau sur la gélatine [9].

Les nombreuses opportunités de cette technique nous ont donc conduit à étudier le comportement thermique de la farine de graines de cotonnier par DSC. En effet, la valorisation de ce co-produit de la filière coton, pour la fabrication de matériaux biodégradables, implique une connaissance approfondie du comportement thermique du produit (T_g , température de dégradation, température de dénaturation, cinétique de réticulation).

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressé à l'influence de la **teneur en eau**, et de la **granulométrie**, sur le comportement thermique d'échantillons conditionnés sous forme de farines issues de coton glanded et glandless (cf. Annexe 1). Trois paramètres ont donc été étudiés :

- 1 - type de coton, 2 niveaux (glanded ou glandless),
- 2 - la granulométrie, trois niveaux ($d > 1 \text{ mm}$ - $0.35 < d < 1 \text{ mm}$ - $d < 0.35 \text{ mm}$, cf. Annexe 1),
- 3 - teneur en eau de la farine, 2 niveaux (cf. Annexe 1).

La procédure utilisée en DSC est décrite dans l'annexe 2.

II - RÉSULTATS OBTENUS.

II. 1 - Introduction.

Il faut noter que les effets des deux facteurs étudiés (granulométrie et teneur en eau) n'ont été analysés que sur les variables : température du pic (T_p) et variation d'enthalpie ou aire (ΔH). En effet, la T_p est parfaitement corrélée à la température d'induction ou onset (T_i) ($r^2 = 0.995$ pour glanded, cf. figure 1; $r^2 = 0.997$ pour glandless).

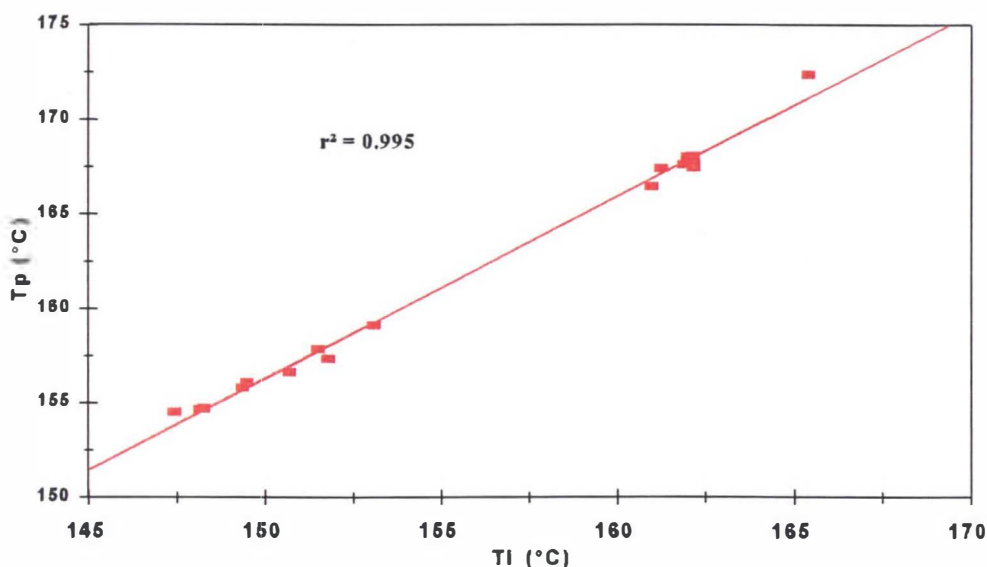


Figure 1 : Relation entre T_p et T_i pour la farine glanded : cas du pic 2.

II. 2 - Influence de la teneur en eau.

Dans les conditions d'analyse utilisées (cf. Annexe 2) les thermogrammes obtenus présentent 2 ou 3 pics (cf. figures 2 et 3) et une transition aux alentours de 100°C . Les valeurs caractéristiques de ces pics sont données dans les tableaux I et II. Les processus à l'origine de ces différentes transitions thermiques ne sont pas encore tous identifiés. Le premier pic, endothermique (pic 1), est probablement lié à la dénaturation [6-8]. En effet, ce pic n'est présent que sur le premier thermogramme (25°C à 100°C), il a disparu après ce premier traitement thermique. Le dernier pic, exothermique (pic 3), est certainement lié à la dégradation (oxydation), ou décomposition, de tout ou partie des constituants. Les phénomènes (chimique ou physique) à l'origine de la transition à 100°C et du pic 2 n'ont pas encore été élucidés.

Le premier pic, probablement lié à la dénaturation (??), est absent pour les teneurs faibles

en eau, ceci quelque soit le type de farine (glanded ou glandless). La teneur en eau semble également avoir une influence sur le deuxième pic. Ce point sera approfondi dans les études ultérieures car en valeurs numériques (variables quantitatives) les résultats obtenus montrent l'existence de deux populations (figure 4). Par contre, si l'on considère deux teneurs nominales en eau (variable quantitative), à savoir :

- HR1 = 2.6 % (DED11, DED12 et DED13),
- HR2 = 8 % (DED14, DED15 et DED16),

une analyse de variance montre un effet très significatif de la teneur en eau sur certains résultats DSC, à savoir :

- T_p du pic 2 pour les 2 farines (tableau III et IV),
- T_p du pic 3 pour les 2 farines.

En fait, les T_p diminuent quand la teneur en eau augmente.

En ce qui concerne les ΔH , les résultats obtenus présentent une dispersion très importante dans de nombreux cas (cf. Annexe 3). Une valeur semblant aberrante (répétition 1 du DED12) a été écartée avant de traiter les données. Pour les deux farines, la teneur en eau a une influence significative sur la ΔH . La variation d'enthalpie augmente avec la teneur en eau. Toutefois, l'homogénéité des variances est extrêmement limitée pour les 2 populations d'échantillons de glandless (tableau V).

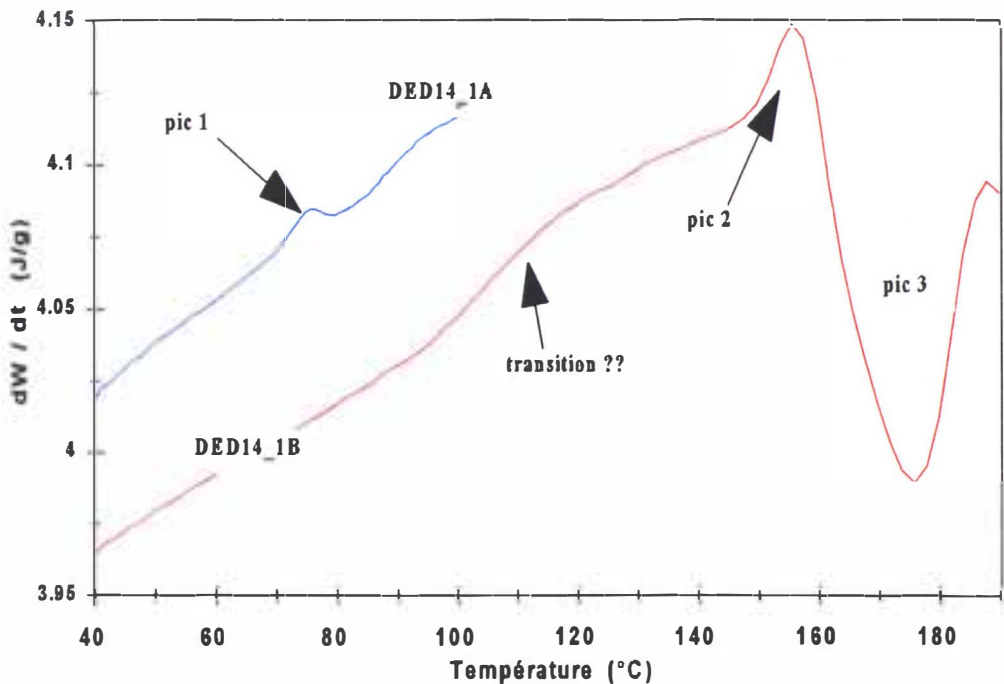


Figure 2 : Thermogrammes obtenus pour la farine glanded.

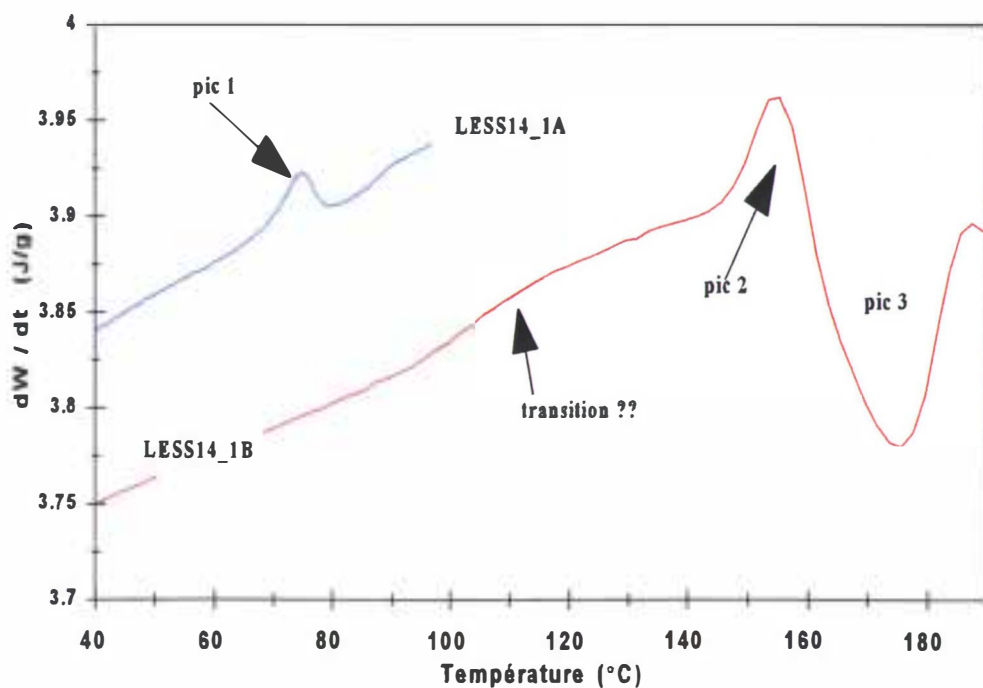


Figure 3 : Thermogrammes obtenus pour la farine glandless.

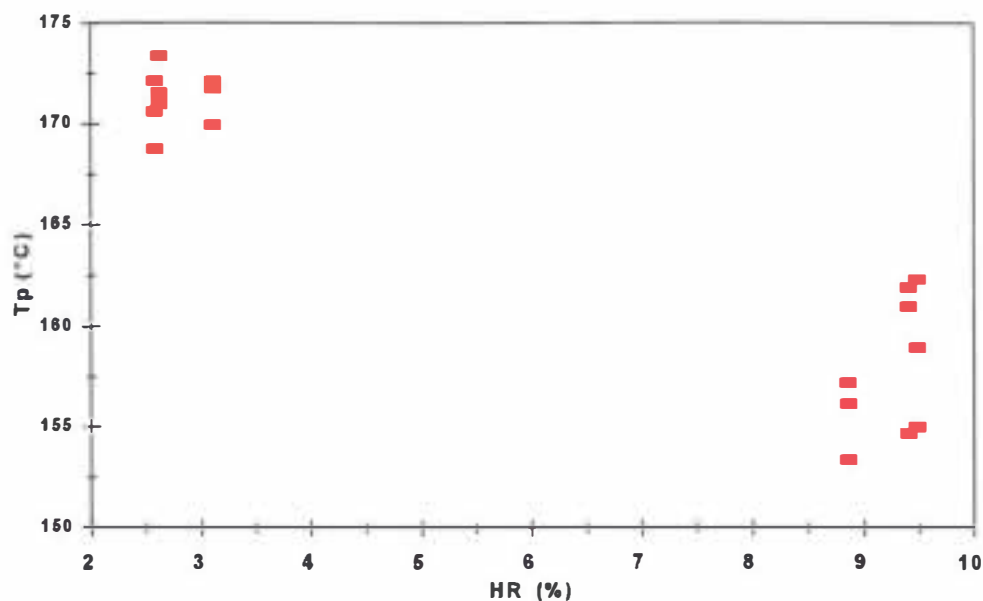


Figure 4 : Relation entre la T_p et la teneur en eau (valeurs numériques).

Tableau I : Température du pic (T_p) et température d’induction (T_i , “onset”) obtenues pour une farine glanded ou glandless.

Echantillon	farine	granulométrie (mm)	teneur en eau (%)	PIC 1		PIC 2		PIC 3	
				T_p (°C)	T_i (°C)	T_p (°C)	T_i (°C)	T_p (°C)	T_i (°C)
DED11	glanded	$d < 1$	2.9	pas de pic		167.7 (0.6)	161.6 (0.6)	183.6 (0)	--
DED12		$0.35 < d < 1$	2.7	pas de pic		169.2 (2.8)	162.8 (2.2)	--	--
DED13		$d < 0.35$	2.4	pas de pic		167.2 (0.6)	161.7 (0.7)	184.6 (0.1)	--
DED14		$d < 1$	7.8	74.3 (1)	68 (3)	156.7 (0.6)	150.6 (1.2)	175.7 (0.8)	160.7 (0.5)
DED15		$0.35 < d < 1$	8.2	pas de pic		154.6 (0.1)	147.9 (0.4)	172.5 (0.6)	159.1 (0.3)
DED16		$d < 0.35$	7.9	73.4 (1.4)	64.2 (4.4)	157.6 (1.7)	151.3 (1.9)	175.5 (1.9)	161.6 (1.5)
LESS11	glandless	$d < 1$	2.6	pas de pic		170.5 (1.7)	164 (1.5)	184.7 (1.2)	--
LESS12		$0.35 < d < 1$	2.6	pas de pic		172 (1.2)	165.1 (0.9)	--	--
LESS13		$d < 0.35$	3.1	pas de pic		171.3 (1.2)	164.8 (1)	184.5 (1.1)	--
LESS14		$d < 1$	9.4	73.9 (1.3)	66.1 (1.4)	159.2 (3.9)	152.2 (4.7)	178.4 (3.2)	165.1 (5)
LESS15		$0.35 < d < 1$	8.9	74.9 (0.6)	68.4 (1.4)	155.6 (2)	147 (2)	175.3 (0.6)	--
LESS16		$d < 0.35$	9.5	74.3 (1.6)	66.7 (2.6)	158.8 (3.6)	151.2 (3.9)	175.6 (2.4)	162.2 (2.6)

N. B. : Les valeurs données entre parenthèses correspondent à l’écart type sur 3 répétitions.

Tableau II : Variations d’enthalpie (ΔH) relatives aux transitions observées pour une farine gilded ou glandless.

Echantillon	farine	granulométrie (mm)	teneur en eau (%)	PIC 1	PIC 2	PIC 3
				ΔH (J / g)	ΔH (J / g)	ΔH (J / g)
DED11	gilded	$d < 1$	2.9	pas de pic	0.912 (0.21)	pic incomplet
DED12		$0.35 < d < 1$	2.7	pas de pic	1.44 (0.8)	pic incomplet
DED13		$d < 0.35$	2.4	pas de pic	0.83 (0.07)	pic incomplet
DED14		$d < 1$	7.8	0.306 (0.076)	1.23 (0.33)	-10.47 (0.23)
DED15		$0.35 < d < 1$	8.2	pas de pic	1.473 (0.124)	- 6.26 (0.76)
DED16		$d < 0.35$	7.9	0.438 (0.151)	1.353 (0.171)	- 10.64 (0.95)
LESS11	glandless	$d < 1$	2.6	pas de pic	2.043 (0.146)	pic incomplet
LESS12		$0.35 < d < 1$	2.6	pas de pic	2.244 (0.182)	pic incomplet
LESS13		$d < 0.35$	3.1	pas de pic	1.585 (0.269)	pic incomplet
LESS14		$d < 1$	9.4	0.979 (0.08)	2.288 (0.616)	- 9.04 (3.37)
LESS15		$0.35 < d < 1$	8.9	0.377 (0.037)	2.959 (0.262)	pic incomplet
LESS16		$d < 0.35$	9.5	1.319 (0.186)	3.032 (0.381)	- 11.3 (0.39)

N. B. : Les valeurs données entre parenthèses correspondent à l’écart type sur 3 répétitions.

Tableau III : Résultats obtenus pour l’analyse de variance T_p - HR (pic 2) dans le cas de la farine gilded.

Assuming equal variances : $F = 1,10 - F_{th}(17,17) = 2,27$ (P : 0,05)				
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	1	631.85385	631.854	237.8260
Error	16	42.50864	2.657	Prob>F < 0.0001
C Total	17	674.36249	39.668	

Tableau IV : Résultats obtenus pour l'analyse de variance T_p - HR (pic 2) dans le cas de la farine glandless.

homogénéité des variances : $F = 5,96 - F_{th}(17,17) = 2,27$ (P : 0,05)				
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	1	808.83761	808.838	125.6496
Error	16	102.99598	6.437	Prob>F < 0.0001
C Total	17	911.83358	53.637	

Tableau V : Résultats obtenus pour l'analyse de variance ΔH - HR (pic 2) dans le cas de la farine glandless.

Assuming equal variances : $F = 2,35 - F_{th}(16,16) = 2,33$ (P : 0,05)				
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	1	2.8952201	2.89522	14.8000
Error	16	3.1299704	0.19562	Prob>F 0.0014
C Total	17	6.0251905	0.35442	

II. 2 - Influence de la granulométrie.

Les résultats obtenus ne permettent pas de trancher quant à un effet significatif ou pas de la granulométrie. En effet, cet effet n'est significatif que pour la famille DED14/DED15/DED16 (tableau VI), pour les autres il ne l'est pas (tableau VI et VII). Toutefois, certaines réserves doivent être émises quant à la non signification de l'effet granulométrie. D'une part, dans le cas de la farine glanded les variances ne sont pas toujours homogènes (cf. figure 5). D'autre part, les résultats pour la farine glandless présentent une variabilité beaucoup plus importante que pour ceux obtenus avec la glanded (cf. figure 6), ce qui pourrait expliquer le fait que l'effet granulométrie ne soit pas mis en évidence pour la farine glandless. A priori, il est étonnant d'observer une variabilité plus importante pour la farine glandless.

Il serait préférable, avant de trancher, de répéter cette étude avec un nombre de répétition plus grand (5 ou 6).

En règle générale, il semblerait que la répétabilité la meilleure soit pour la farine de granulométrie intermédiaire ($0.35 < d < 1$ mm).

Tableau VI : Résultats obtenus pour l'analyse de variance T_p - granulométrie (pic 2) dans le cas de la farine glanded.

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
DED11 - DED12 - DED13 (exepté DED12_1)				
Model	2	1.1179908	0.558995	3.3929
Error	5	0.8237672	0.164753	Prob>F 0.1172
C Total	7	1.9417580	0.277394	
DED14 - DED15 - DED16				
Model	2	13.894324	6.94716	6.5292
Error	6	6.384109	1.06402	Prob>F 0.0312
C Total	8	20.278434	2.53480	

Tableau VII : Résultats obtenus pour l'analyse de variance T_p - granulométrie (pic 2) dans le cas de la farine glandless.

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
LESS 11 - LESS12 - LESS13				
Model	2	3.153506	1.57675	0.8127
Error	6	11.640800	1.94013	Prob>F 0.4872
C Total	8	14.794306	1.84929	
LESS14 - LESS15 - LESS16				
Model	2	23.416915	11.7085	1.0845
Error	6	64.779440	10.7966	Prob>F 0.3962
C Total	8	88.196355	11.0245	

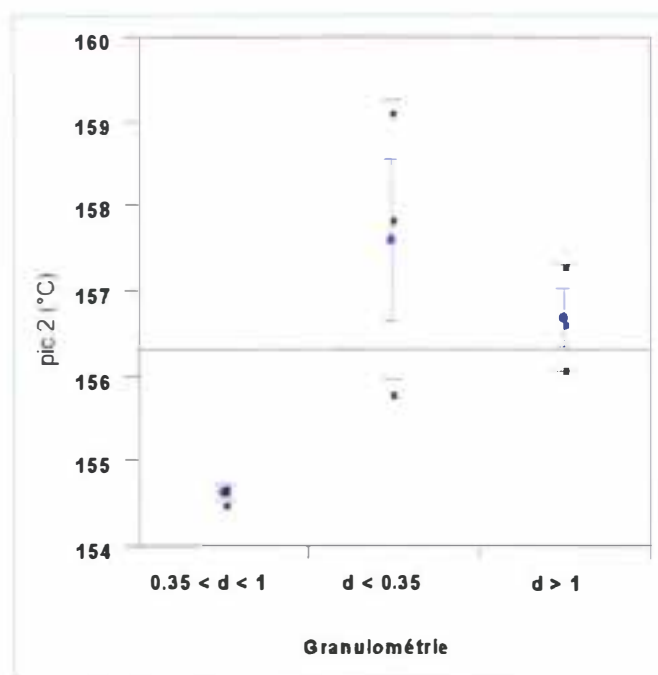
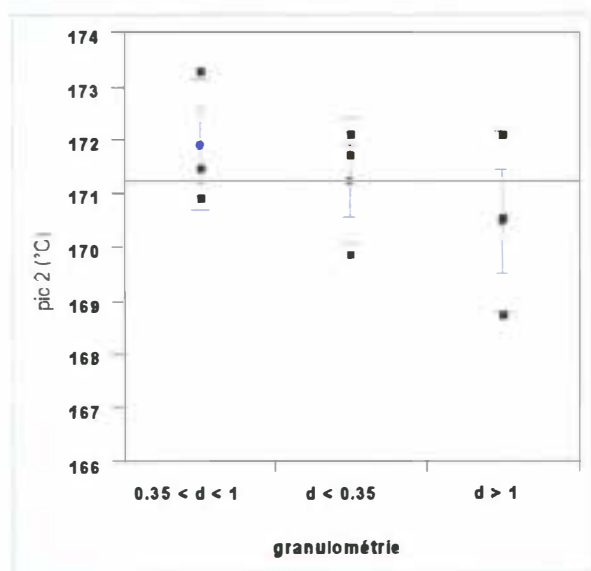
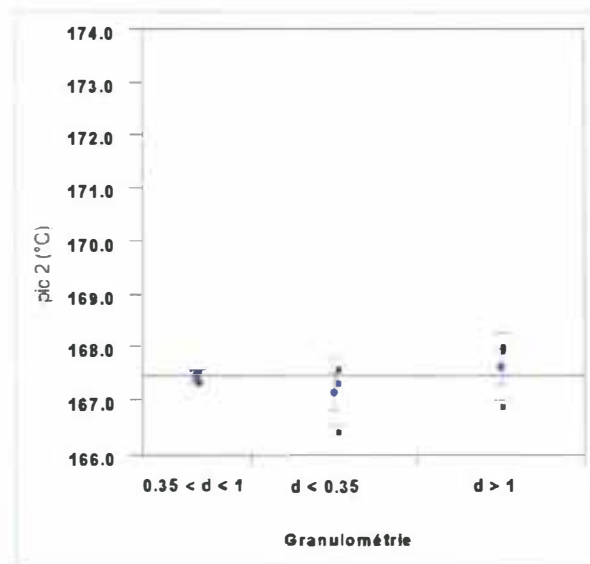


Figure 5 : Représentation schématique de la variabilité des T_p pour les échantillons DED14 ($d > 1$), DED15 et DED16 ($d < 0.35$).



LESS11 - LESS12 - LESS13



DED11 - DED12 - DED13

Figure 6 : Représentation schématique de la variabilité des T_p pour 1 série d'échantillons de glanded (DED11, DED12 et DED13) et 1 série d'échantillons de glandless (LESS11, LESS12 et LESS13).

III - CONCLUSION.

Parmi les deux facteurs étudiés, la teneur en eau a un effet très significatif sur les résultats obtenus, en ce qui concerne la granulométrie, il semble préférable d'étudier à nouveau ce facteur avec un nombre plus grand de répétitions avant de pouvoir trancher.

Quand la teneur en eau augmente dans la farine, les températures des pics 2 et 3 diminuent et les ΔH augmentent.

Les processus à l'origine de ces différentes transitions thermiques ne sont pas encore tous identifiés. Le premier pic (endothermique) est probablement lié à la dénaturation [9-10] en effet, lors de la deuxième montée en température ce pic n'existe plus. Le dernier pic (exothermique) est très probablement lié à la dégradation (oxydation) de tout ou partie des constituants. Les phénomènes (chimique ou physique) à l'origine de la transition à 100°C et du pic 2 n'ont pas encore été élucidés.

Il faut noter que la répétabilité sur la mesure des ΔH est souvent très mauvaise, pour des raisons non identifiées pour le moment.

IV - RÉFÉRENCES.

- [1] E. J. Donth, *Relaxations and thermodynamics in polymers - glass transition*. Akademie Verlag GbmH, Berlin (1992).
- [2] S. H. Chough et D. H Chang, *J. Appl. Polym. Sci.* , 61, 449 (1996).
- [3] D. W. Brazier et N. V. Schwartz, *Thermochimica Acta*, 39, 7 (1980).
- [4] BD Park, B Riedl, EW Hsu et J Shields, *Polymer*, 40, 1689 (1998).
- [5] K. C. Cheng, K. C. Lia, W. Y. Chiu, *J. Appl. Polym. Sci.* , 71, 721 (1999).
- [6] S. Kitamura et J. Sturtevant, *Biochemistry*, 28, 3788 (1989).
- [7] M. Otamari, P. Adlercreutz et B. Mattiasson, *Biotechnology and bioengineering*, 44, 73 (1994).
- [8] A. Ginsburg et M. Zolkiewski, *Biochemistry*, 30, 9421 (1991).
- [9] P. I. A. Sobral, F. C. Menegalli, S. Guilbert, *Workshop on biopolymer Science : Food and non food applications*, 28 - 30 septembre 1998, Montpellier.

Annexe 1 : Préparation des farines

Les farines utilisées ont été préparées en broyant des amandes au moulin à café. Les farines obtenues ont été filtrées sur 2 tamis en série de porosité d'1 mm et 0,35 mm. Trois fractions ont été ainsi obtenues :

- fraction 1 : $d > 1 \text{ mm}$,
- fraction 2 : $0,35 < d < 1 \text{ mm}$,
- fraction 3 : $d < 0,35 \text{ mm}$,

Les 3 fractions ont été séparées en 2 lots qui ont été conditionnés pendant 15 jours :

- dans un dessiccateur sur P_2O_5 ,
- dans le laboratoire n° - HR = 65 % - $T^\circ = 21^\circ\text{C}$.

Les teneurs en eau des farines ont été déterminées selon la procédure habituelle utilisée au laboratoire.



Annexe 2 : Procédure utilisée en DSC (PROCDSC1)

L'appareillage utilisé est la DSC-7 de Perkin Elmer.

- 1) Chaque matin la stabilité de la ligne de base est vérifiée.
- 2) On procède à un tirage aléatoire pour l'ordre de passage de chaque échantillon.
- 2) Peser précisément environ 15 mg de farine dans la capsule DSC, celle-ci est ensuite scellée.
- 3) Placer la capsule DSC dans la four échantillon, le four référence renferme une capsule vide est réaliser une première rampe de 25°C à 100°C à raison de 10°C/min (indice "A" dans le nom de l'échantillon). On laisse le four revenir à 25°C et on réalise une deuxième rampe de 25°C à 190°C à raison de 10°C/min (indice "B" dans le nom de l'échantillon).
- 4) Le thermogramme est ensuite normalisé et on procède aux calculs des T_p , T_i et ΔH .

Annexe 3 : Ensemble des résultats obtenus

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS11	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS11_1	08/02/99	15.32	2.57	d < 1 mm	pas de	pic		170.6	164.02	2.087	Tp >	190°C	
LESS11_2	09/02/99	15.98	2.57		pas de	pic		168.774	162.49	2.152	Tp >	190°C	
LESS11_3	12/02/99	15.79	2.57		pas de	pic		172.154	165.459	1.891	Tp >	190°C	
		moyenne						170.51	163.99	2.04			
		é. t.						1.7	1.5	0.136			
		C. V.						1.0	0.9	6.6			

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS12	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS12_1	08/02/99	16.29 mg	2.61	0.315 < d < 1 mm	pas de	pic		173.358	166.12	2.175	Tp >	190°C	
LESS12_2	10/02/99	16.66 mg	2.61		pas de	pic		171.528	164.489	2.451	Tp >	190°C	
LESS12_3	10/02/99	16.19 mg	2.61		pas de	pic		170.987	164.594	2.107	Tp >	190°C	
								171.96	165.07	2.24			
								1.2	0.9	0.182			
								0.7	0.6	8.1			

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS13	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS13_1	09/02/99	15.54 mg	3.1	d < 0.315 mm	pas de	pic		171.787	164.949	1.863	184.954		
LESS13_2	11/02/99	15.67 mg	3.1		pas de	pic		169.936	163.69	1.325	183.299		
LESS13_3	12/02/99	16.15 mg	3.1		pas de	pic		172.155	165.741	1.566	185.284		
								171.3	164.8	1.585	184.5		
								1.2	1.0	0.269	1.1		
								0.7	0.6	17.0	0.6		

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS14	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS14_1	08/02/99	14.64 mg	9.4	d < 1 mm	74.772	67.684	0.910	154.704	146.793	2.953	175.118	159.99	-11.823
LESS14_2	10/02/99	14.87 mg	9.4		72.398	65.395	0.960	161.892	155.09	2.174	181.454	169.988	-5.289
LESS14_3	11/02/99	16.19 mg	9.4		74.643	65.239	1.068	161	154.739	1.737	178.671	165.459	-9.992
		moyenne			73.9	66.1	0.979	159.2	152.2	2.3	178.4	165.1	-9.035
		é. t.			1.3	1.4	0.081	3.9	4.692	0.6	3.2	5.0	3.371
		C. V.			1.8	2.1	8.246	2.5	3.1	26.9	1.8	3.0	-37.3

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS15	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS15_1	08/02/99	15.42 mg	8.86	0.315 < d < 1 mm	74.544	67.4	0.403	153.392	145.597	3.200	175.853		
LESS15_2	09/02/99	16.57 mg	8.86		75.347	69.408	0.350	156.163	148.375	2.997	174.664		
LESS15_3	12/02/99	15.84 mg	8.86					157.184	140.51	2.680	175.446		
		moyenne			74.9	68.4	0.377	155.6	144.8	2.959	175.3		
		é. t.			0.6	1.4	0.037	2.0	4.0	0.262	0.6		
		C. V.			0.8	2.1	9.954	1.3	2.8	8.9	0.3		

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
LESS16	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
LESS16_1	08/02/99	15.80 mg	9.48	d < 0.315 mm	75.106	69.026	1.130	155.034	147.215	3.108	173.972	160.33	-11.026
LESS16_2	11/02/99	15.10 mg	9.48		72.449	63.937	1.501	162.289	155.09	2.618			
LESS16_3	12/02/99	14.44 mg	9.48		75.207	67.245	1.327	158.964	151.158	3.369	177.316	164.003	-11.572
		moyenne			74.3	66.7	1.319	158.8	151.2	3.032	175.6	162.2	-11.299
		é. t.			1.6	2.6	0.186	3.6	3.9	0.381	2.4	2.6	0.386
		C. V.			2.1	3.9	14.069	2.3	2.6	12.6	1.3	1.6	-3.4

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
-------------	------	-------	----	---------	-------	---------	--------	-------	---------	--------	-------	---------	--------

DED11	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
DED11_1	08/02/99	15.32 mg	2.86	d < 1 mm	pas de	pic		168.07	161.966	1.032	183.649		
DED11_2	11/02/99	16.28 mg	2.86		pas de	pic		168.091	162.127	0.991			
DED11_3	12/02/99	15.06 mg	2.86		pas de	pic		168.091	162.127	0.991			
		moyenne						168.1	162.1	0.991			
		é. t.						0.0	0.0	0.000			
		C. V.						0.0	0.0	0.0			

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
DED12	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
DED12_1	09/02/99	16.84 mg	2.65	0.315 < d < 1 mm	pas de	pic		172.408	165.364	2.377	Tp >	190°C	
DED12_2	10/02/99	14.67 mg	2.65		pas de	pic		167.449	161.232	0.931	Tp >	190°C	
DED12_3	11/02/99	16.57 mg	2.65		pas de	pic		167.664	161.868	1.005	Tp >	190°C	
		é. t.						167.6	161.6	0.968			
		C. V.						0.2	0.4	0.052			
								0.1	0.3	5.4			

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
DED13	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
DED13_1	09/02/99	14.28 mg	2.36	d < 0.315 mm	pas de	pic		172.408	165.364	2.377	184.602		
DED13_2	09/02/99	16.11 mg	2.36		pas de	pic		167.449	161.232	0.931	184.504		
DED13_3	12/02/99	14.15 mg	2.36		pas de	pic		167.664	161.868	1.005	184.739		
								167.6	161.6	0.968	184.6		
								0.2	0.4	0.052	0.1		
								0.1	0.3	5.4	0.1		

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
DED14	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g

DED14_1	08/02/99	14.75 mg	7.83	d < 1 mm	75.171	68.933	0.232	156.088	149.467	1.572	175.433	160.484	-10.537
DED14_2	10/02/99	14.87 mg	7.83		73.123	64.612	0.383	157.348	151.779	0.914	176.56	161.313	-10.218
DED14_3	11/02/99	15.61 mg	7.83		74.527	70.411	0.303	156.63	150.662	1.214	175.012	160.421	-10.656
		moyenne			74.3	68.0	0.306	156.7	150.6	1.233	175.7	160.7	-10.470
		é. t.			1.0	3.0	0.076	0.6	1.2	0.329	0.8	0.5	0.226
		C. V.			1.4	4.4	24.7	0.4	0.8	26.7	0.5	0.3	-2.2

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
DED15	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
DED15_1A	09/02/99	16.62 mg	8.23	0.315 < d < 1 mm	pas de	pic		154.519	147.421	1.600	172.689	159.409	-5.433
DED15_2A	11/02/99	16.89 mg	8.23		pas de	pic		154.711	148.248	1.352	171.808	158.917	-6.434
DED15_3A	12/02/99	14.15 mg	8.23		pas de	pic		154.681	148.133	1.466	173.006	158.905	-6.914
		moyenne						154.6	147.9	1.473	172.5	159.1	-6.260
		é. t.						0.1	0.4	0.124	0.6	0.3	0.756
		C. V.						0.1	0.3	8.4	0.4	0.2	-12.1

échantillon	date	masse	HR	granulo	pic 1	onset 1	aire 1	pic 2	onset 2	aire 2	pic 3	onset 3	aire 3
DED16	analyse	(mg)	(%)		(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g	(°C)	(°C)	J / g
DED16_1	08/02/99	16.41 mg	7.9	d < 0.315 mm	74.691	68.24	0.264	155.825	149.342	1.462	173.323	159.981	-10.008
DED16_2	09/02/99	15.98 mg	7.9		72.053	64.836	0.514	159.129	153.079	1.156	176.771	162.88	-10.178
DED16_3	12/02/99	14015 mg	7.9		73.586	59.567	0.535	157.875	151.473	1.441	176.51	161.953	-11.732
		moyenne			73.4	64.2	0.438	157.6	151.3	1.353	175.5	161.6	-10.639
		é. t.			1.3	4.4	0.151	1.7	1.9	0.171	1.9	1.5	0.950
		C. V.			1.8	6.8	34.4	1.1	1.2	12.6	1.1	0.9	-8.9